



Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27. 10. 1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

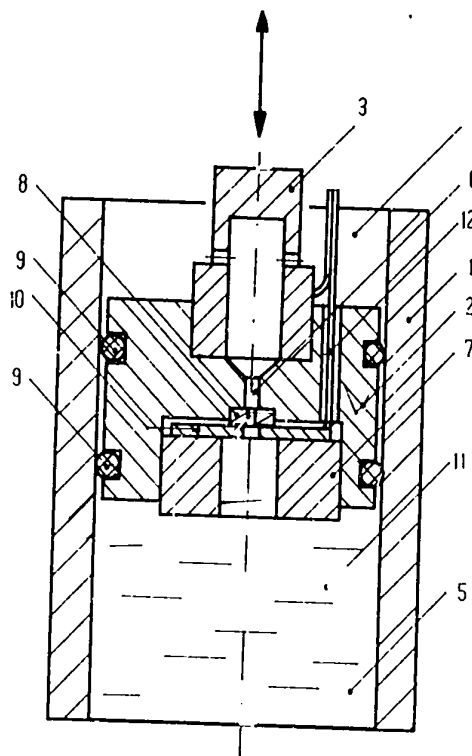
5(51) G 01 N 27/00

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	DD G 01 N / 329 621 5	(22)	15.06.89	(44)	05.12.90
(71)	siehe (73)				
(72)	Bageritz, Hans, Dipl.-Ing.; Halbig, Regina, Dipl.-Ing.; Lehmann, Reinhard, Dipl.-Ing.; Sacher, Wilhelm, Dipl.-Ing.; Winzheimer, Bodo, Dipl.-Ing.; Kreibich, Walter, DD				
(73)	VEB Chemische Werke Buna, Schkopau, 4212, DD				
(54)	Vorrichtung zur Tropfengrößenbestimmung von Styrenpolymeren				

(55) Tropfengrößenbestimmung; Polymertropfen; Polystyren; Qualitätssicherung; Zählmethode; Partikelmessung; elektrisches Feld; Sensor; Durchströmung; Impuls; Lochscheibe; Elektrode
(57) Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Tropfengrößenbestimmung von Styrenpolymeren der Polymerisation. Die erfindungsgemäße Vorrichtung dient der Qualitätssicherung während der Polymerisation von Styren- Homo- und Copolymerisaten. Es werden quantitative und qualitative Aussagen zu den Polymertropfen in einer elektrolytischen Flüssigkeit ermöglicht, Störeinflüsse weitestgehend ausgeschlossen. Die Messung erfolgt in einem zylindrischen Gefäß in dem ein Kolben mit Kolbenschubstange beweglich angeordnet ist. Im Kolben befindet sich eine Kolbenbohrung mit darin eingepreßter Lochscheibe (Innendurchmesser kleiner als max. Tropfendurchmesser). Beidseitig am Kolben sind Ringelektroden angeordnet. Durch Bewegung des Kolbens wird das Meßvolumen durch die Lochscheibe gepreßt. Ein zwischen den Elektroden angelegtes elektrisches Feld wird beim Passieren von Polymertropfen unterbrochen bzw. geschwächt. Die Impulse dienen der Bestimmung der Polymertropfen. Figur



Patentansprüche:

1. Vorrichtung zur Tropfengrößenbestimmung von Styrenpolymere, bestehend aus einem zylindrischen Gefäß, das durch einen in diesem Gefäß axial beweglichen Kolben in zwei Kammern getrennt ist, wobei die obere Kammer frei belüftet und die untere Kammer geschlossen ist, und das zylindrische Gefäß und der Kolben aus einem elektrisch nicht leitfähigen Material gefertigt ist, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Kolben eine durchgehende, beide Kammern verbindende Kolbenbohrung aufweist, diese Kolbenbohrung eine zentrisch zwischen zwei Ringelektroden befindliche, elektrisch nichtleitende Lochscheibe aufnimmt, die Ringelektroden an beiden Seiten des Kolbens angeordnet sind.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Lochscheibe einen Innendurchmesser von 40–60% und eine Dicke von 50–150% des zu erwartenden maximalen Polymertropfendurchmessers aufweist.
3. Vorrichtung nach Anspruch 1. und 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Lochscheibe durch die Ringelektroden eingespannt und auswechselbar ist.

Hierzu 1 Seite Zeichnung

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Vorrichtung wird zur qualitativen und quantitativen Bestimmung von Polymertropfen während der Polymerisation von Styren-, Homo- und Copolymerisaten im Produktionsprozeß zur Qualitätssicherung eingesetzt.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

In der Literatur werden zur Partikelmessung Verfahren und dazugehörige Vorrichtungen nach den Prinzipien der Sedimentation, der Trennung und der Zählung beschrieben. Für den gegebenen Fall der Tropfengrößenbestimmung von Polystyren während der Polymerisation von Styren-, Homo- und Copolymerisaten kann unter Betriebsbedingungen nur das unmittelbare Zählverfahren durch Störung eines elektrischen Feldes zum Einsatz kommen.

In den Patentschriften US 3.952.580 und US 4.181.009 werden entsprechende Vorrichtungen zum Zählen von Teilchen in Flüssigkeiten beschrieben. Bei beiden Vorrichtungen wird aus einer Probeflasche oder aus dem Prozeß eine bestimmte Flüssigkeitsmenge mit den darin befindlichen Feststoffteilchen mittels eines in einem Zylinder bewegten Kolbens entnommen. Dieses Meßvolumen an feststoffbehafteter Flüssigkeit wird nachfolgend über Ventile und/oder Düsen durch eine Sensorzelle gepreßt. Die Änderung der Größe eines elektrischen Feldes in dieser Meßzelle, hervorgerufen durch Feststoffteilchen beim Durchströmen, wird als Maß für die weitere Auswertung zugrunde gelegt.

In den Patentschriften DE 964.810 und DE 1.118.503 werden Verfahren und Vorrichtungen beschrieben, welche der Bestimmung von Anzahl und Größe von in Flüssigkeiten suspendierten Feststoffteilchen dienen. Im speziellen Anwendungsfall wird hierbei Blut auf die Anzahl der Blutkörperchen untersucht. In beiden Fällen wird wiederum ein bestimmtes Meßvolumen von der zu untersuchenden Flüssigkeit mittels eines Kolbens durch eine Verengung gepreßt und eine Veränderung der elektrischen Feldstärke, hervorgerufen durch Feststoffteilchen in der zu untersuchenden Suspension, als Auswertepuls benutzt.

Es ist weiterhin bekannt, daß mittels Rührwerken die Feststoffteilchen gleichmäßig in der Suspension verteilt werden können, um die Aussagefähigkeit des Meßergebnisses zu verbessern. Der eindeutigeren Markierung eines Meßimpulses dienen ebenfalls solche Methoden, wie das Verdünnen der Suspension mit Elektrolyt oder das Anpassen der Sensorgeometrie an die Größe der Feststoffteilchen. Hierzu wird angegeben, daß die Verengung, welche die Feststoffteilchen passieren müssen, in der Größenordnung bzw. in einigen Größenordnungen der Feststoffteilchen liegt (Durchmesser der zu untersuchenden Teilchen etwa 2–30% des Durchmessers der Verengung).

Das zu untersuchende Meßvolumen und das Meßintervall sind einstellbar.

Des weiteren sind Methoden zur Unterdrückung von Störeinflüssen durch Gasblasen bekannt.

Die bekannten Verfahren und Vorrichtungen sind mehr oder weniger für den Einsatz im Labormaßstab konzipiert und betreffen das Bestimmen von Feststoffteilchen in Flüssigkeiten. Die mechanische Beanspruchung der zu untersuchenden Flüssigkeit ist durch die eingesetzten Vorrichtungen (Rührapparate, Ventile, Drosseln, welche die Meßflüssigkeit vor dem Sensor passieren muß) hoch.

Ein Einsatz der bekannten Vorrichtungen zur qualitativen und quantitativen Bestimmung von Polymertropfen im Produktionsprozeß ist nicht möglich. Eine mechanische Belastung der zu untersuchenden Flüssigkeit würde eine Agglomeration und/oder eine Zerteilung der Polymertropfen mit sich bringen.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist eine sichere und schnelle Bestimmung der Polymertropfengröße während des Polymerisationsprozesses durch eine einfach zu handhabende Vorrichtung, deren Störanfälligkeit gering ist.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung zur Tropfengrößenbestimmung von Styrenpolymeren während der Polymerisation bei Vermeidung einer zusätzlichen mechanischen Beanspruchung des Meßmediums vor dem Sensor zu entwickeln. Dabei sind die Polymertropfengröße und die Anzahl der Polymertropfen in einem festgelegten Meßvolumen gleichzeitig zu bestimmen.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die zwei Kammern eines zylindrischen Gefäßes nur über eine Kolbenbohrung im Kolben mit einer darin befestigten Lochscheibe verbunden sind. Diese Lochscheibe wird zentrisch zwischen zwei, an beiden Seiten des Kolbens befindlichen Elektroden gehalten, wobei diese Elektroden mit einer elektrischen Auswerteeinheit verbunden sind.

Beide Elektroden haben durch die Lochscheibe einen konstanten Abstand zueinander und sind vorzugsweise als Ringelektroden ausgebildet, deren Öffnung größer dem Innendurchmesser der Lochscheibe ist. Die Lochscheibe wird durch die beidseitigen Ringelektroden eingespannt, so daß sie aus der Kolbenbohrung herausnehmbar und auswechselbar ist.

Die Lochscheibe ist so dimensioniert, daß ihr Innendurchmesser 40-60% und ihre Dicke 50-150% des zu erwartenden maximalen Polymertropfendurchmessers beträgt.

Das zu untersuchende Meßmedium, eine Suspension von Styren-Polymertropfen in einem Elektrolyt, befindet sich in der unteren Kammer des zylindrischen Gefäßes, das durch den darin befindlichen Kolben mit der darin angeordneten, elektrisch nicht leitenden, Lochscheibe in zwei Kammern getrennt wird. Mittels einer am Kolben angeordneten Kolbenstange wird der Kolben gleichförmig aus einer oberen Stellung in eine untere bewegt. Die Polymertropfen enthaltende elektrolytische Flüssigkeit wird durch die Öffnung in der Lochscheibe in die obere, frei belüftete, Kammer gefördert. Dabei unterbrechen bzw. schwächen die Polymertropfen auf Grund ihrer gegenüber dem Elektrolyt unterschiedlichen Leitfähigkeit das zwischen den beiden Elektroden ausgebildete elektrische Feld. Die sich daraus ergebenden Feldstärkeänderungen werden in einer elektronischen Auswerteeinheit hinsichtlich der Stärke und Dauer analysiert.

Die Unterdrückung von Störeinflüssen durch Gasblasen erfolgt nach bekannten Verfahren. So wird die Auswertung der Feldstärkeänderung zwischen den beiden Elektroden erst vorgenommen, wenn ein bestimmtes Volumen des Meßmediums, etwa 20-40%, die Lochscheibe passiert hat.

Durch die Ausbildung der ringförmigen Elektroden, der dazu zentrischen Anordnung der Lochscheibe und der wählbaren hohen Strömungsgeschwindigkeit des Meßmediums durch die Öffnung der Lochscheibe, infolge eines hohen Flüssigkeitsdruckes, wird ein sehr guter Selbstreinigungseffekt erreicht.

Ausführungsbeispiel

Die Figur zeigt die erfindungsgemäße Vorrichtung, dargestellt als Längsschnitt durch diese.

Es sind in einer elektrolytischen Lösung Polymertropfen bis zu 1 mm Größe während der Polymerisation von Styren-, Homo- und Copolymerisation quantitativ und qualitativ zu bestimmen.

In einem zylindrischen Gefäß (1) zur Aufnahme des zu untersuchenden Meßvolumens ist ein Kolben (2) mit Kolbenshubstange (3) beweglich angeordnet. Dieser Kolben (2) trennt das zylindrische Gefäß (1) in eine obere (4) und eine untere Kammer (5). Beide Kammern sind über eine Kolbenbohrung (6) mit einer darin durch eine Spannhülse (7) eingespannten Lochscheibe (8) verbunden. Die obere Kammer (4) ist zur Umgebung frei belüftet, in der unteren Kammer (5) befindet sich die zu untersuchende elektrolytische Flüssigkeit (11) mit den Polymertropfen. Rundringdichtungen (9) dichten den Ringspalt zwischen Kolben (2) und zylindrischem Gefäß sicher ab. Kolben (2) und zylindrisches Gefäß (1) sind aus einem Polymerwerkstoff und die Lochscheibe (8) aus Glas hergestellt. Die untere Elektrode (10) ist eine Lochscheibe aus Chrom-Nickel-Stahl. Die obere Elektrode bildet die hohl ausgeführte Kolbenshubstange (3), ebenfalls aus Chrom-Nickel-Stahl. Die Elektroden sind zentrisch zur Kolbenbohrung (6) angeordnet und über Meßkabel (12) mit der Auswerteeinheit verbunden. Der Innendurchmesser der Lochscheibe (8) beträgt 0,4 mm und die Dicke 1,5 mm.

Das Meßvolumen befindet sich in der unteren Kammer (5). Mittels der Kolbenshubstange (3) wird der Kolben (2) aus seiner oberen Stellung nach unten gedrückt. Die mit Polymertropfen behaftete elektrolytische Flüssigkeit (11) wird durch die Kolbenbohrung (6) in die obere Kammer (4) gefördert. Polymertropfen unterbrechen bzw. schwächen beim Passieren der in der Kolbenbohrung (6) eingepreßten Lochscheibe (8) das zwischen den beiden Elektroden (10, 3) angelegte elektrische Feld. Die Anzahl der Impulse dient der quantitativen und die Dauer des Einzelimpulses der qualitativen Auswertung des zu untersuchenden Meßmediums. Die Impulsauswertung erfolgt in bekannten Meßeinrichtungen.

Die Unterdrückung von Störeinflüssen durch Gasblasen erfolgt nach bekannten Prinzipien. An der Kolbenshubstange (3) angebrachte Schaltnocken starten den Meßzyklus nach 30% des Kolbenhubes und beenden den Meßzyklus bei 100%.

